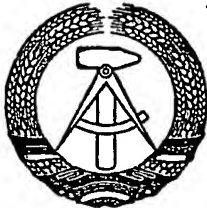


Deutsche  
Demokratische  
Republik



Amt  
für Erfindungs-  
und Patentwesen

# PATENTSCHRIFT

116 468

Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes zum Patentgesetz

Zusatzpatent zum Patent: —

Anmeldetag: 21.11.74  
(WP C 08 h / 182 483)

Priorität: —

Ausgabetag: 20.11.75

Int. Cl.:  
C 08 h, 9/10

Kl.: —

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

Erfinder: Demin, Dr. Peter;  
Henze, Dipl.-Chem. Günter;  
Kotte, Dr. Gerhard;  
Starke, Claus;  
Quiram, Erich

zugleich

Inhaber:

Zur PS Nr. **116.468**.....

ist eine Zeitschrift erschienen.

(Teilweise aufgehoben gem. § 6 Abs. 1 d. Änd. Ges. z. Pat. Ges.)

Wachs-Compounds, vorzugsweise geeignet für kontinuierliche  
und diskontinuierliche Kerzenherstellungsverfahren

116 468

5 Seiten

Die Erfindung betrifft Paraffin und Äthylen-Vinylacetat-Copolymerisat enthaltende Wachscompounds, die vorzugsweise zur Herstellung von Gebrauchs- und Zierkerzen mittels kontinuierlicher und diskontinuierlicher Kerzenherstellungsverfahren eingesetzt werden.

Die Ablösung veralteter und die Einführung neuer, moderner produktiver Technologien und Verfahren ist ein stetiger Prozeß, der auch bei der Herstellung von Gebrauchs- und Zierkerzen vorstatten geht. Die traditionellen Gießverfahren werden in zunehmendem Maße durch Zieh- und Preßtechnologien für Kompositionskerzen abgelöst. Da die Zieh- und Preßverfahren durchgehend kontinuierlich gestaltet werden können, besitzen sie gegenüber den traditionellen Verfahren erhebliche Vorteile, die nicht zuletzt in einer besseren Ökonomie zum Ausdruck kommen.

Die Einführung der kontinuierlichen Verfahren stellt an die zur Kerzenherstellung gebräuchlichen, handelsüblichen Kompositionsmassen besondere zusätzliche Anforderungen. So müssen die Kompositionsmassen eine ausgezeichnete Zugfähigkeit besitzen und dem Kerzenstrang eine bestimmte Flexibilität und Stabilität verleihen. In den bisher bekannt gewordenen Kompositionsmassen für die Herstellung von Gebrauchs- und Zierkerzen war es dabei bisher z. B. nicht möglich, allen Forderungen an die Qualität der Kompositionsmassen im gleichen Maße nachzukommen. Es konnten zwar bestimmte Kriterien der Qualität verbessert werden, die jedoch mit der Verschlechterung anderer Parameter, z. B. der Zugfähigkeit, einhergingen. Da diese Erfordernisse also von den bisher gebräuchlichen, handelsüblichen Kerzenmassen nicht erfüllt werden, wird die Forderung nach Paraffin- bzw. Wachsabmischungen gestellt, die den Anforderungen kontinuierlicher Ziehverfahren genügen.

So gibt es eine Reihe von Möglichkeiten, um hinsichtlich bestimmter Parameter die gestellten Anforderungen zu erreichen. So werden beispielsweise zur Erhöhung der Stabilität von Kerzen hochschmelzende, harte Syntheseparaffine eingesetzt, doch ein zu hoher Gehalt an Normalparaffinen verschlechtert das Ziehverhalten erheblich. Weiterhin ist der Einsatz eines Spezialwachses, bestehend aus verzweigten und/oder geradkettigen Kohlenwasserstoffen, die mit Polyolefinwachsen, vorzugsweise Polyäthylen- oder Polypropylenwachsen, verschnitten sind, bekannt.

Es wird durch den Einsatz des Spezialwachses eine Verbesserung der Stabilität sowie des Tropf- und Abbrandverhaltens der Kerzen erreicht, ohne jedoch eine ausreichende Flexibilität und Plastizität oder ein ausreichendes Ziehvermögen zu erzielen. Fernerhin wird seit einigen Jahren versucht, die erforderliche Flexibilität und Stabilität für die kontinuierlichen Ziehverfahren durch den Einsatz von Paraffinmischungen zu erreichen, die einen bestimmten Gehalt an Äthylen-Vinylacetat-Copolymerisat aufweisen. Der Vorteil dieser Paraffinmischungen besteht darin, daß Paraffincompounds mit zufriedenstellender Zugfähigkeit erhalten werden, die jedoch ein ungenügendes Abbrandverhalten aufweisen, da es unter den Bedingungen der Kerzenherstellung verhältnismäßig leicht zu Entmischungserscheinungen zwischen dem Äthylen-Vinylacetat-Copolymeren und den übrigen Kompositionsbestandteilen kommen kann bzw. das Wandern des Copolymeren während des Abbrands die Compounds negativ beeinflusst.

Zusätzlich wird dadurch die kontinuierliche Kerzenherstellung im erheblichen Maße beeinträchtigt, da die Kompositionsmassen ein wechselndes Zugvermögen auf-

weisen.

Dieser Effekt tritt mit steigendem Molekulargewicht des Copolymeren noch stärker in Erscheinung, wobei bei höheren Konzentrationen auch schon niedermolekulare Produkte starke Entmischungserscheinungen zeigen. Gleichzeitig tritt bei Einsatz höhermolekularer Äthylen-Vinylacetat-Copolymerisate in steigendem Maße eine Verschlechterung des Zugvermögens der Kerzenmasse auf, die ein hochproduktives Ziehen der Stränge nicht gestattet.

Der Zweck, der durch die Erfindung erreicht werden soll, besteht in der Gewinnung eines Wachscompounds, das die Anwendung moderner kontinuierlicher und diskontinuierlicher Kerzenherstellungsverfahren erlaubt, dabei die Forderungen nach gutem Zugvermögen, Stabilität, Flexibilität und Plastizität des Einsatzproduktes erfüllt und den Kerzen die erforderlichen Gebrauchswerteigenschaften, wie kontinuierliches Abbrandverhalten, geringen Stundenverbrauch, gute Biegefestigkeit und Vermeidung von Tropfverlusten, verleiht.

Es bestand somit die Aufgabe, durch entsprechend gezielte Kombination geeigneter Rohstoffe Wachscompounds herzustellen, welche die Anforderungen nach stabilen, flexiblen und plastischen und vor allem homogenen Einsatzprodukten für die gesamte Kerzenindustrie erfüllen und dabei hochproduktiv ziehbar sind und den daraus hergestellten Kerzen ein optimales Abbrandverhalten verleihen.

Diese Aufgabe wird durch Wachscompounds gelöst, die erfindungsgemäß 70 bis 99,9 Gew.-% Paraffin, 0 bis 15 Gew.-% Weichparaffin und 0,1 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise 0,2 bis 4 Gew.-%, eines flexibilitäts- und stabilitätsregulierenden sowie homogenisierenden Zusatzstoffes enthalten, der aus einem anoxydierten niedermolekularen Polyolefin mit einem Molekulargewicht von 500 bis 10 000, einem Schmelzbereich von 80 bis 105 °C, einer Penetration von  $2 \text{ bis } 45 \times 10^{-1} \text{ mm}$  (25 °C/100 g/5 s) und einer Säurezahl von 5 bis 100 mg KOH/g Wachs oder einem Gemisch aus 80 bis 99,9 Gew.-% dieses Polyolefins und 0,1 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 5 bis 15 Gew.-%, Äthylen-Vinylacetat-Copolymerisat mit 5 bis 40 Gew.-% Vinylacetat besteht.

Dabei hat es sich als vorteilhaft erwiesen, ein Paraffin einzusetzen, das einen Schmelzbereich von 52 bis 66 °C und eine Penetration von  $8 \text{ bis } 25 \times 10^{-1} \text{ mm}$  (25 °C/100 g/5 s) aufweist.

Als Weichparaffine werden vorzugsweise geradkettige mit 18 bis 33 Kohlenstoffatomen oder verzweigt-kettige oder cyclische eingesetzt.

Das erfindungsgemäße Wachscompound stellt eine gezielte Komposition von für die Kerzenherstellung geeigneten handelsüblichen Paraffinen und für die Anwendung moderner kontinuierlicher und diskontinuierlicher Kerzenherstellungsverfahren notwendigen Zusatzstoffen dar. Durch eine sinnvolle Rohstoffzusammensetzung werden mit dem Wachscompound hochproduktiv ziehbare Einsatzprodukte erhalten, die für Ziehverfahren, Strangpreßverfahren und Gießverfahren hohe Ziehfähigkeit bei gleichzeitig notwendiger hoher Flexibilität und Stabilität aufweisen. Es hat sich auch gezeigt, daß eine bedeutende Verbesserung des Ziehverhaltens erreicht wird, wobei ein Absetzen von Zusatzstoffen höherer Dichte und Zähigkeit bzw. Unverträglichkeitserscheinungen, vermieden und ein kontinuierliches Abbrennen ohne Stoffwanderung im Finalprodukt erzielt werden.

Dabei ist ihre Verwendung bei Kerzengießverfahren ebenso denkbar. Die Vorteile des Wachscompounds lie-

gen vor allem darin, daß während des Ziehprozesses keine Entmischung der Komponenten eintritt und für einen Temperaturbereich bis 140 °C, Konzentrationsbereich bis 15 Gew.-% Copolymerisatzusätzen, bezogen auf Gesamtkerzencompound, eine homogene Schmelze bzw. Mischung im festen Zustand existiert. Außerdem werden den Finalprodukten die erforderlichen Gebrauchswerteigenschaften bezüglich der Stabilität und Flexibilität sowie des Tropf- und Abbrandverhaltens verliehen. Es wird ein kontinuierlicher Abbrand der Kerze erreicht, da das Wachscompound in seiner Zusammensetzung ein Entmischen und Wandern, beispielsweise des Copolymerisates, verhindert. Der Effekt des Homogenisierens der eingegebenen Komponenten wird durch die Zugabe der anoxydierten niedermolekularen Polyolefine erreicht, die allein in Verbindung mit den gebräuchlichen paraffinischen Kerzencompounds, also ohne Zusatz von Äthylen-copolymerisaten oder anderen Äthylenpolymerisaten, eine Verschlechterung des Tropf- und Abbrandverhaltens mit hohen Brennverlusten ergeben und die Flexibilität nur wenig positiv beeinflussen. Insbesondere ist durch die Wahl eines anoxydierten Polyolefinwachses mit unterschiedlichen Werten, Viskosität bzw. Anoxydationsgrad einmal die Flexibilität bzw. das Ziehverhalten den jeweiligen technologisch bedingten Anforderungen anpaßbar und andererseits kann gleichzeitig auch das Abbrandverhalten beeinflußt werden.

Die Verwendung des Wachscompounds bringt für die Produktivität der Kerzenziehverfahren auf Grund der obengenannten Vorteile, vor allem der hohen Zugfähigkeit, eine Steigerung gegenüber dem bisher erreichten Stand, so daß die Ökonomie der Kerzenherstellungsverfahren wesentlich verbessert werden kann.

An Hand der folgenden Ausführungsbeispiele soll die Erfindung näher erläutert und die anwendungstechnischen Vorteile besser herausgearbeitet und fixiert werden, ohne jedoch dabei die Erfindung in ihrer Anwendungsbreite zu beschränken.

Die Definition der Ausgangs- und Endprodukte erfolgt durch die Parameter:

Säurezahl (nach TGL 8418)	(mg KOH/g Wachs)
Erstarrungspunkt (nach TGL 0-51 556)	(°C)
Penetration (nach TGL 12 622)	(10 <sup>-1</sup> m) (25 °C/100 g/5 s)
Schmelzindex (nach TGL 20 996)	(MI <sub>100</sub> = 1 g/10 min)
Stundenverbrauch	(g/h)
Tropfverlust	(%)

sowie durch die verbale Einschätzung des Abbrandverhaltens, Entmischungsverhalten und Ziehverhalten bei der Herstellung.

#### Beispiel 1 bis 5:

85 bis 99,9 Gew.-% eines Paraffins mit einem Schmelzpunkt von 52 bis 66 °C und mit einem Gehalt von 1 bis 15 Gew.-% Weichparaffin und einer Penetration von 8 bis 25 × 10<sup>-1</sup> mm (25 °C/100 g/5 s) werden bei einer Temperatur von 120 °C mit 0,1 bis 15 Gew.-% eines flexibilitäts- und stabilitätsregulierenden und homogenisierenden Zusatzes, bestehend aus einem Äthylen-Vinylacetat-Copolymerisat mit einem Schmelzindex von 1 bis 400 g/10 min und mit einem Vinylacetatgehalt von 5 bis 40 Gew.-% und einem anoxydierten Polyäthylenwachs mit einem Molekulargewicht von 7000 und einer Penetration

von 2 bis 45 × 10<sup>-1</sup> mm (25 °C/100 g/5 s) und einer Säurezahl von 5 bis 100 mg KOH/g Wachs im Verhältnis 1 : 4 bei 300 g/15 min gemischt. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 1 enthalten (Tabellen siehe Seite I und II).

#### Beispiel 6 bis 10:

85 bis 99,5 Gew.-% eines Paraffins mit einem Schmelzpunkt von 56 °C und mit einem Gehalt von 4 Gew.-% Weichparaffin und einer Penetration von 18 × 10<sup>-1</sup> mm (25 °C/100 g/5 s) werden bei einer Temperatur von 130 °C mit 0,5 bis 15 Gew.-% eines flexibilitäts- und stabilitätsregulierenden und homogenisierenden Zusatzes, bestehend aus einem Äthylen-Vinylacetat-Copolymerisat mit einem Schmelzindex von 12 g/10 min und einem Vinylacetatgehalt von 20 Gew.-% und einem anoxydierten Polyäthylenwachs mit einem Molekulargewicht von 5000 und einer Penetration von 22 × 10<sup>-1</sup> mm (25 °C/100 g/5 s) und einer Säurezahl von 28 mg/g Wachs bei 200 Umdrehungen/10 min gemischt. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 2 enthalten.

#### Beispiel 11 bis 16:

70 bis 90 Gew.-% eines Paraffins mit einem Schmelzpunkt von 58 °C und 2 bis 29,9 Gew.-% Weichparaffin mit 18 bis 33 Kohlenstoffatomen werden bei einer Temperatur von 125 °C mit 0,1 bis 8 Gew.-% eines anoxydierten niedermolekularen Polyäthylens mit einem Molekulargewicht von 3500 und einer Penetration von 19 × 10<sup>-1</sup> mm (25 °C/100 g/5 s) und einer Säurezahl von 18 mg KOH/g Wachs bei 200 Umdrehungen/10 min gemischt. Die Ergebnisse enthält die Tabelle 3.

#### Patentansprüche:

1. Wachscompound, insbesondere geeignet für kontinuierliche und diskontinuierliche Kerzenherstellungsverfahren, enthaltend Paraffin und Äthylen-Vinylacetat-Copolymerisat, gekennzeichnet durch einen Gehalt von 70 bis 99,9 Gew.-% Paraffin, 0 bis 15 Gew.-% Weichparaffin und 0,1 bis 15 Gew.-%, vorzugsweise 0,2 bis 4 Gew.-%, eines flexibilitäts- und stabilitätsregulierenden sowie homogenisierenden Zusatzstoffes, der aus einem anoxydierten niedermolekularen Polyolefin mit einem Molekulargewicht von 500 bis 10 000, einem Schmelzbereich von 80 bis 105 °C, einer Penetration von 2 bis 45 × 10<sup>-1</sup> mm (25 °C/100 g/5 s) und einer Säurezahl von 5 bis 100 mg KOH/g Wachs oder einem Gemisch aus 80 bis 99,9 Gew.-% dieses niedermolekularen Polyolefins und 0,1 bis 20 Gew.-%, vorzugsweise 5 bis 15 Gew.-%, Äthylen-Vinylacetat-Copolymerisat mit 5 bis 40 Gew.-% Vinylacetat besteht.

2. Wachscompound nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Paraffin einen Schmelzbereich von 52 bis 66 °C und eine Penetration von 8 bis 25 × 10<sup>-1</sup> mm (25 °C/100 g/5 s) aufweist.

3. Wachscompound nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß das Weichparaffin 18 bis 33 Kohlenstoffatome aufweist und geradkettig oder verzweigt-kettig oder zyklisch ist.

Hierzu 2 Seiten Tabellen

Tabelle 1:

<u>Zusatz</u>	<u>Paraffin</u>	<u>Erstarrungs-</u> <u>punkt rot</u> <u>(0 °C)</u> <u>der Mischung</u>	<u>Ziehverhal-</u> <u>ten</u>	<u>Brennverhal-</u> <u>ten</u>
<u>Gew.-%</u>	<u>Gew.-%</u>			
0	100	56,0	ugg. Zv.	ugg.
0,3	99,7	56,5	g. Zv.	g.
0,7	99,3	57,5	g. Zv.	s. g.
3,0	97,0	59,0	g. Zv.	g.
10,0	90,0	62,0	ugg. Zv.	ugg.

u. g. = ungenügendes Brennverhalten mit sehr hohem  
Stundenverbrauch und Tropfverlust

g. = gutes Brennverhalten mit gutem Stundenverbrauch  
und keinem Tropfverlust

s. g. = sehr gutes Brennverhalten mit minimalem Stun-  
denverbrauch und keinem Tropfverlust

g. Zv. = gutes Ziehverhalten, ohne Bruchstellen und  
Blasen im Kerzencompound

ugg. Zv. = ungenügendes Ziehverhalten, Bruchstellen und  
Blasen im Kerzencompound

Tabelle 2:

Polyäthylen- wachs (Gew.-%)	Äthylen-Vinyl- acetat-Copoly- merisat (Gew.-%)	Paraf- fin (Gew.-%)	Ziehver- halten	Brennver- halten
0,1	0,1 bis 15	99,9 bis 85	ugg. Zv.	ugg.
0,8	0,2	99,0	g. Zv.	s. g.
1,2	0,3	98,5	g. Zv.	s. g.
5,0	3,5	91,5	g. Zv.	g.
8,0	2,5	89,5	g. Zv.	g.

Tabelle 3:

niedermoleku- lares Poly- äthylen (Gew.-%)	Paraffin (Gew.-%)	Weichparaf- fin (Gew.-%)	Ziehver- halten	Brennver- halten
0,1	70	29,9	g. Zv.	ugg.
0,8	80	19,2	sg. Zv.	s. g.
2,0	80	18,0	sg. Zv.	s. g.
4,0	90	6,0	sg. Zv.	s. g.
15,0	70	15,0	g. Zv.	g.